

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-183765

(43)Date of publication of application : 03.07.2003

(51)Int.Cl.

C22C 33/04

B22D 23/10

C21D 8/00

C22C 38/00

C22C 38/14

(21)Application number : 2001-386108

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 19.12.2001

(72)Inventor : FUJITA ETSUO  
MISHIMA SETSUO  
TANIGUCHI TORU

## (54) METHOD FOR MANUFACTURING HIGH-CLEANLINESS MARAGING STEEL

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a manufacturing method for high-cleanliness maraging steel, which can reduce the numbers and the sizes of oxide-based non-metallic inclusions such as  $Al_2O_3$  and non-metallic inclusions such as  $TiN$ ,  $TiCN$  and  $AlN$  remaining in the maraging steel, in order to enhance fatigue strength of a maraging steel, in high cycle fatigue exceeding the 7th powder of ten times.

SOLUTION: The method for manufacturing the high cleanliness maraging steel employs an electroslog remelting method in order to make the maximum length of the non-metallic inclusions to be 20  $\mu m$  or less, wherein the condition in the electroslog remelting method makes an A value in accordance with the expression: A value  $[A/mm] = (\text{applied current}) / (\text{a minor diameter of a mold})$ , to be 15 A/mm or larger.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

20.03.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

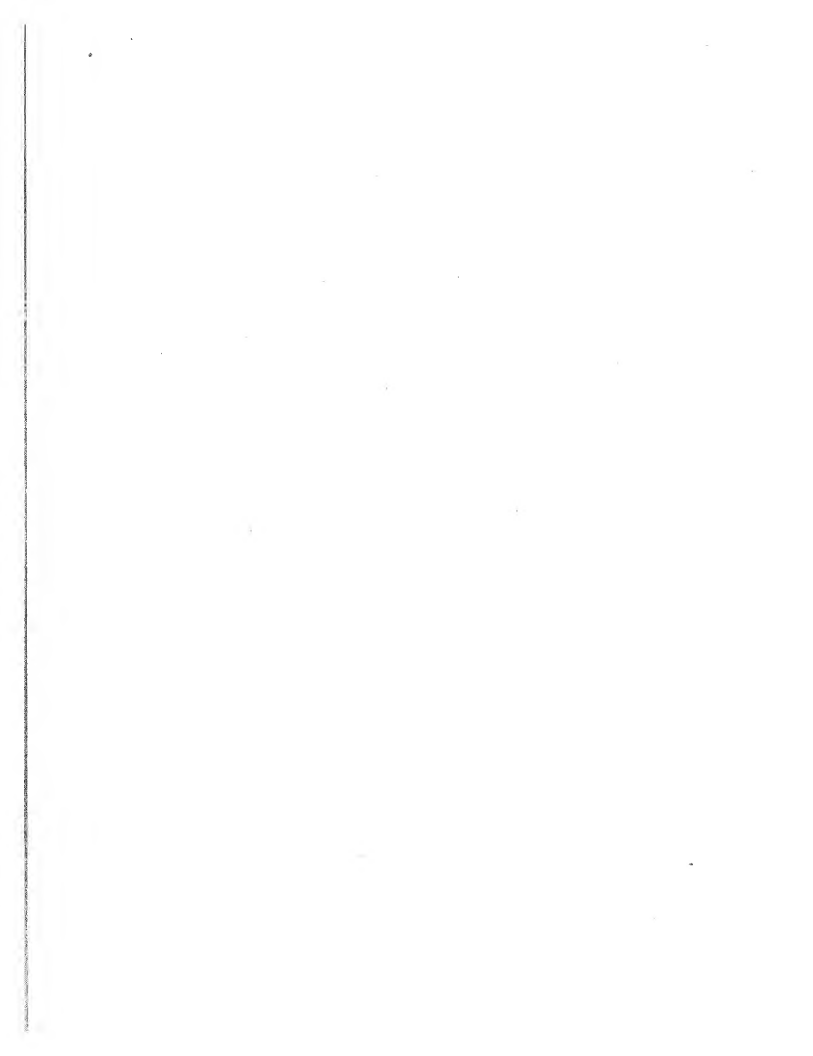
[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-183765

(P2003-183765A)

(43) 公開日 平成15年7月3日(2003.7.3)

(51) Int.Cl.	識別記号	F I	テームト(参考)
C 2 2 C 33/04		C 2 2 C 33/04	M 4 K 0 3 2
B 2 2 D 23/10	5 5 0	B 2 2 D 23/10	5 5 0
C 2 1 D 8/00		C 2 1 D 8/00	D
C 2 2 C 33/00	3 0 2	C 2 2 C 33/00	3 0 2 N
38/14		38/14	
		審査請求 有	請求項の数 3 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2001-388109(P2001-388109)

(71) 出願人 000005083

(22) 出願日 平成13年12月19日(2001.12.19)

日立金属株式会社  
東京都港区芝浦一丁目2番1号(72) 発明者 藤田 悦夫  
鳥取県安来市安来町2107番地2 日立金属株式会社冶金研究所内(72) 発明者 三輪 節夫  
鳥取県安来市安来町2107番地2 日立金属株式会社冶金工場内(72) 発明者 谷口 徹  
鳥取県安来市安来町2107番地2 日立金属株式会社冶金工場内

最終頁に続く

(54) [発明の名称] 高洗浄マルエージング鋼の製造方法

(57) [要約]

【課題】 マルエージング鋼の10の7乗面を超える高サイクル疲労における疲労強度を高めるために、マルエージング鋼中に残留する、 $Al_2O_3$ 等の酸化物系非金属介在物やTiN、TiCNやAIN等の非金属介在物を少なく且つ大きさを小さくできる高洗浄マルエージング鋼の製造方法を提供する。

【解決手段】 エレクトロスラグ再溶解を行い、非金属介在物の最大長が $20\mu m$ 以下とする高洗浄マルエージング鋼の製造方法であって、前記エレクトロスラグ再溶解時の条件を下記に従うA値が $15A/mm$ 以上になるようにすることを特徴とする高洗浄マルエージング鋼の製造方法。

$$A値[A/mm] = (投入電流) / (モールド内径)$$

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 エレクトロスラグ再溶解を行い、非金属介在物の最大長が $20\mu\text{m}$ 以下とする高洗浄マルエージング鋼の製造方法であって、前記エレクトロスラグ再溶解時の条件を下記に従う値が $15\text{A}/\text{mm}$ 以上になるようにすることを特徴とする高洗浄マルエージング鋼の製造方法。

値 $[A/\text{mm}] = (\text{投入電流}) / (\text{モールド内径})$

【請求項2】 エレクトロスラグ再溶解を行った後、固塊状態または熱間鍛造後の何れか若しくは両方で、 $1000 \sim 1300^\circ\text{C}$ で少なくとも5時間以上の保持を行うことを特徴とする請求項1に記載の高洗浄マルエージング鋼の製造方法。

【請求項3】 請求項1または2に記載のマルエージング鋼は、質量%で、C:0.01%以下、Si:8.0~22.0%、Co:5.0~20.0%、Mo:2.0~9.0%、Ti:2.0%以下、Al:1.7%以下、N:0.003%以下、O:0.002%以下、残部は実質的にFeからなることを特徴とする高洗浄マルエージング鋼の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

【発明の属する技術分野】 本発明は、高洗浄マルエージング鋼の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 マルエージング鋼は、2000MPa前後の非常に高い引張強さをもつため、高比強度が要求される部材、例えば、ロケット用部品、遠心分離機部品、航空機部品、自動車用無酸素適用部品等種々の用途に使用されている。その代換的な組成には、 $18\text{Ni}-8\text{Co}-5\text{Nb}-0.45\text{W}-0.1\text{Al}-\text{bal. Fe}$ が挙げられる。そして、マルエージング鋼は、強化元素として、Mo、Tiを量量含んでおり、時効処理を行うことによって、 $\text{Ni}_3\text{Mo}$ 、 $\text{Ni}_3\text{Ti}$ 、 $\text{Fe}_3\text{Mo}$ 等の金属間化合物を析出させて高強度を得ることのできる鋼である。

【0003】 このマルエージング鋼を精造用材料として用いる場合の設計強度としては、熱処理回数10の7乗回での疲労強度が求められる。しかし、最近では繰返し応力が10の7乗回を越えられ負荷される場合があり、従来の10の7乗回での疲労強度を設計強度として用いたマルエージング鋼では信頼性が低く、10の7乗回を越える繰返し回数、例えば10の8乗回程度の繰返し数を設計強度とした場合にも充分利用に耐え得るマルエージング鋼が求められるようになった。ところで、10の7乗回以上の繰返し数での疲労強度を評価した従来の技術では、最終熱処理方法等が疲労強度を決定する重要な要素であった。しかし、マルエージング鋼において通常、10の7乗回以下の繰返し数では表面粗度の疲労断が短くなるが、10の7乗回を越える繰返し数では特定の大きさより大きな非金属介在物を起点として疲労破壊を起すため、破壊のメカニズムが大きく異なる。従っ

て、10の7乗回を越える繰返し数の使用をする場合、従来のように非金属介在物の大きさが問題となり、非金属介在物は特定の大きさ以下とする必要がある。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 ところでマルエージング鋼は、真空誘導溶解（以下、VIMと呼ぶ）等の後、真空アーク再溶解（以下、VARと呼ぶ）もしくはエレクトロスラグ再溶解（以下、ESRと呼ぶ）を施すと、均質（成分偏析が少ない）でしかも、非金属介在物の少ない鋼となることが知られている。しかしながら、上記の二重溶解で製造するマルエージング鋼にも、絶対数は少ないものの特定の大きさより大きな $\text{Al}_2\text{O}_3$ 等の酸化物系非金属介在物やTiN、TiCNやAlN等の窒化物系非金属介在物が残留し、残留した特定の大きさより大きな非金属介在物は、二重溶解後に行う熱間鍛造、熱処理、熱間圧延、冷間圧延等を行った後の素材中にもそのまま残留し、残留する特定の大きさより大きな非金属介在物を起点とした疲労破壊を生じることが心配される。本発明の目的は、マルエージング鋼の10の7乗回を越える高サイクル疲労における疲労強度を高めるために、マルエージング鋼中に残留する、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 等の酸化物系非金属介在物やTiN、TiCNやAlN等の非金属介在物を少なく且つ大きさを小さくできる高洗浄マルエージング鋼の製造方法を提供することである。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 上述したように、マルエージング鋼を製造する場合において、二重溶解を行うことで、成分を均質にでき易いという利点がある。本発明者等は、この利点を損なうことなく、酸化物系非金属介在物と窒化物系非金属介在物の両方の大きさを特定の大きさ以下にする製造条件について鋭意検討を行った。この検討を行うに際して、例えば、ロケット用部品、遠心分離機部品、航空機部品、自動車用無酸素適用部品等、最近繰返し応力が10の7乗回を越える疲労強度が求められるようになった種々の用途の用に耐え得る非金属介在物の大きさを検討した結果、鋼中に残留する非金属介在物の大きさが最大で $20\mu\text{m}$ 以下の長さのものであれば、繰返し応力が10の7乗回を越える疲労強度が求められる用途にも適用できることを見出した。

【0006】 そして、この非金属介在物の最大長さを $20\mu\text{m}$ 以下にする方法について検討した結果、最も効果的な方法として再溶解をESRで行うことで最終製品に近い状態で非金属介在物が $20\mu\text{m}$ 程度まで小さくできることを知見した。そして、更にESRの条件を詳細に検討した結果、投入電流とモールド内径とを調整することで非金属介在物の最大長さを $20\mu\text{m}$ 以下にすることができるとを見出し、本発明に到達した。即ち本発明は、ESRを行い、非金属介在物の最大長が $20\mu\text{m}$ 以下とする高洗浄マルエージング鋼の製造方法であって、前記エレクトロスラグ再溶解時の条件を下記に従う値が $15\text{A}/\text{mm}$ 以上にな

るように高純淨マルエージング鋼の製造方法である。

A値[Å/mm] = (投入電流) / (モールド内径)

【0007】 好ましくは、上記のESRを行った後、鋼塊状態または熱間鍛造後何れか若しくは両方で、1000～1300℃で少なくとも5時間以上の保持を行う高純淨マルエージング鋼の製造方法である。更に好ましくは、上記のマルエージング鋼は重量%で、C:0.01%以下、N:8.0～22.0%、Co:5.0～20.0%、Mo:2.0～9.0%、Ti:2.0%以下、Al:1.7%以下、N:0.003%以下、O:0.002%以下、残部は実質的にFeからなる高純淨マルエージング鋼の製造方法である。

【0008】

【発明の実施の形態】 本発明の最大の特徴は、ESRを行う際に投入電流とモールド内径とを調整することでAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等の酸化物系非金属夹杂物やTiN、TiCNやAlN等の窒化物系非金属夹杂物の両方の大きさを小さく制御できることにある。以下に、本発明を詳しく説明する。

【0009】 先ず、はじめに酸化物系非金属夹杂物を小さくする方法について説明する。マルエージング鋼に存在する酸化物系非金属夹杂物は、例えば高真空のVIMで作製した電解鋼塊においても皆無にすることは不可能であり、再溶解により除去する必要がある。再溶解方法として、ESRとVARが挙げられる。ESRでは電解鋼塊を再溶解し、フラックスと呼ばれる溶解酸化剤を通して、その後再凝固する。この際、フラックスは酸化物系非金属夹杂物をこしるフィルター役目を果たし、電解鋼塊中に含まれていた粗大な酸化物系非金属夹杂物はフラックスに吸収され除去される。一方、VARでは酸化物系非金属夹杂物を高真空下での酸化物還元反応、または溶鋼プール内の浮上分離によって除去するが、マルエージング鋼のように酸溶溶解度の低い鋼種では酸化物の還元反応は維持できず、加えて対流が発生している溶鋼プールにおいて完全に浮上分離することも困難であるため、一部の酸化物系非金属夹杂物は鋼塊中に残存する。従って、ESRを用いた場合、15μm以上の大きさより大きなAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等の酸化物系非金属夹杂物を除去することができるが、VARの場合は20μmを超える非金属夹杂物の残存が生じ易いため、本発明ではESRを行うと規定した。

【0010】 次に、窒化物系非金属夹杂物を小さくする方法について説明する。マルエージング鋼は窒素との親和力が大きいTiを含むはるかにAlを含有していることから、VIMで作製したESR用の電解鋼塊製造設備でTiN、TiCNやAlN等の窒化物系非金属夹杂物が存在する。これらの窒化物系非金属夹杂物は再溶解時に、一部はTiN-Ti+N、TiCN-Ti+CNやAlN-Al+Nの反応により溶鋼中へ溶解し、溶存窒素や溶存炭素が増加する。また一部は完全に溶解せずにTiN、TiCNやAlN等の窒化物系非金属夹杂物の状態で溶鋼プール内に浮遊する。溶鋼プール内では鋼塊面への強制により連続循環が行進していくが、鋼塊

前面付近では溶鋼温度が低下し、溶鋼中に浮遊している窒素や炭素は溶解度の低下に伴ない上述の未溶解のTiN、TiCNやAlN表面に晶出し成長していく。このようにESR時には溶鋼プール内を浮遊するTiN、TiCNやAlNの存在により、TiN、TiCNやAlNが大きくなる。従って鋼塊内のTiN、TiCNやAlNを微細にするには、鋼塊中に含まれる窒素量を下げると共に、ESR時に溶解せずに残存するTiN、TiCNやAlNをなくす、もしくはできるだけ小さくする方法とすることが必要である。

【0011】 このためには溶鋼プールやスラブ槽の熱容量を大きくすることが必要である。溶鋼プールやスラブ槽の熱容量を大きくするには、ESRの入熱を大きくし、かつ放熱を小さくすることが有効であり、入熱を大きくするには電流密度を大きくすればよく、また、放熱を小さくするには単位重量当りの冷却モールドとの接触面積を小さくする、即ちモールド内径を大きくするとよい。このようなことから、溶鋼プールおよびスラブ槽の熱容量を高めるためには、{(電流密度) × (モールド内径)} を大きくすればよく、{(電流密度) × (モールド内径)} ∝ {(投入電流) / (モールド面積)} × {(モールド内径)} ∝ {(投入電流) / (モールド内径)} であるので、前式に従うA値を大きくすればよい。このため、ESRにおいてTiNやTiCN等の窒化物系非金属夹杂物を20μm以下に制御するためにはA値が15Å/mm以上である必要がある。A値が大きすぎると電極解析が大きくなり問題となるが、実用上微析許容範囲内であれば特にA値の上限はないが、30Å/mm以下にする成分部所も抑制でき、好ましい。

【0012】 なお、鋼塊内の窒素量は窒化物系窒素に影響するので、ESRは外気を遮断した中で置換した雰囲気もしくは減圧下で行い、かつフラックスを追加する場合にもAr雰囲気やN<sub>2</sub>雰囲気などよりArガスにシールドした管内を通して投入することにより操業中の窒素ブロッカスを防止すると更に好ましい。これは、マルエージング鋼中に含まれる窒素が再溶解中に増加し、TiN、TiCNやAlNが大きいものを防ぐことができ、上述のA値を大きくする効果をより高めることができるためである。また、ESRに使用するフラックスについては目的とするマルエージング鋼の成分が達成できれば基本的にはどのようなものであってもよいが、例えばCaF<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>系又はCaF<sub>2</sub>-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>系が好ましい。

【0013】 次に、本発明では上記のESRを行った後、鋼塊状態または熱間鍛造後何れか若しくは両方で、1000～1300℃で少なくとも5時間以上の保持を行うとよい(この高温保持を以下ソーキングと呼ぶ)。これは、ESRで均質となった鋼塊より成分偏析の少ないものとするので、疲労強度を更に向上させることができるためである。このソーキングはESR後の鋼塊状態または熱間鍛造後の何れで行っても良く、より高温でより長時間行うとより成分偏析は少なくなる。しかし、保持温度が13

00℃を越えたと部分的に溶解が生じる可能性があり、逆に100℃より低いとその効果は低いため、1600℃～1300℃の範囲で行うと良い。

【0014】また、ソーキングの保持時間が6時間より短いと均質化の効果が低いため、保持時間は少なくとも5時間以上必要である。また、ソーキングは二回以上行ってもよく、例えば、BSRの鋼塊状態と熱間鍛造後の両方で行っても合計の保持時間が6時間以上であればよい。よって、ソーキングを行う場合は、鋼塊サイズ、熱間鍛造比、ソーキング加熱炉の容量、加工工程、求めらる強度等を考慮して、鋼塊状態または熱間鍛造後の何れか若しくは両方を、少なくとも一回以上のソーキングを適宜行えば良く、勿論、熱間鍛造→ソーキング→熱間鍛造→ソーキングと言った工程でも良い。

【0015】本発明により製造したマルエージング鋼を使用するには、上述の工程後、熱間加工または冷間加工の何れか若しくは両方を、最終製品の用途形状に応じて、適時組み合わせて成形するとい。例えば、鋼板が必要な場合は、1100℃にて熱間圧延を施したのち、Fe、Moを主成分とする炭素系の金属間化合物を誘発させないために、760～950℃で固溶化処理を行い、その後、冷間圧延に形を整えたと共に加工歪を付加して、その後、二回目の固溶化処理を実施する事によって微細な再結晶させ、その後、時効処理を施すと良い。

【0016】次に、本発明の組成の限定理由について述べる。Cは炭化物を形成し、金属間化合物の析出量を減少させて疲労強度を低下させるため本発明ではCの上限を0.01%以下とした。Nは靱性の高い母相組織を形成させるためには不可欠の元素であるが、8.0%未満では靱性が劣化する。一方、20%を越えるとオーステナイトが安定化し、マルテンサイト組織を形成し難くなることから、Nは28.0～22.0%とした。

【0017】C<sub>0</sub>は、マトリックスであるマルテンサイト組織を安定性に大きく影響することなく、Moの固溶度を低下させることによってMoが微細な金属間化合物を形成して析出するのを促進することによって析出強化に寄与するが、その含有量が8.0%未満では必ずしも十分効果が得られず、また20.0%を越えたと脆化する傾向がみられることから、C<sub>0</sub>の含有量は15.0～20.0%とした。Moは時効処理により、微細な金属間化合物を形成し、マトリックスに析出することによって強化に寄与する元素であるが、その含有量が2.0%未満の場合その効果が少なく、また0.0%を越えて含有すると延性、靱性を劣化させるFe、Moを主要元素とする粗大析出物を形成しやすくなる

ため、Moの含有量を2.0～9.0%とした。

【0018】Tiは、Moと同様に時効処理により微細な金属間化合物を形成し、析出することによって強化に寄与する元素であるが、2.0%を越えて含有させると延性、靱性が劣化する。また、Moで十分硬さが得られている場合は無添加でも良いため、Tiの含有量を2.0%以下とした。Alは脱酸作用を伴うだけでなく、時効析出に強化に寄与するが、1.7%を越えて含有させると靱性が劣化することから、その含有量を1.7%以下とした。

【0019】Niは炭化物系非金属間化合物を形成するため、0.003%を越えて含有すると炭化物系非金属間化合物を20μm以下とすることが困難となる。よって、その含有量を0.003%以下に制限する。Cは炭化物系非金属間化合物を形成するため、0.002%を越えて含有すると炭化物系非金属間化合物を20μm以下とすることが困難となる。よって、その含有量を0.002%以下にした。

【0020】なお、本発明ではこれら規定する元素以外には実質的にFeとしているが、例えばSiは、結晶粒を微細化するのに有効な元素であるため、靱性が劣化しない0.01%以下で含有させても良い。また、不可避的に含有する不純物元素のSi、MnはFe、Moを主用元素とする金属間化合物を粗大化させ靱性に悪影響をもたらすため、Si、Mnは0.10%以下とすれば良い。また、P、Sも世界強化させたり熱間加工性を低下させるので、0.01%以下とすると良い。

【0021】

【実施例】以下、実施例として更に詳しく本発明を説明する。真空溶解で製造した表1に示す化学組成の消耗電極鋼塊を用意し、電流密度を25000A/m<sup>2</sup>～140000A/m<sup>2</sup>、モールド径を300mm～750mmの範囲で変化させることにより、前式のA値を14A/mm<sup>2</sup>～17A/mm<sup>2</sup>の範囲で変化させてBSRを行って鋼塊を作製した。なお、BSRのフラックスはCaF<sub>2</sub>-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>系のものでモールド内に全量投入しておき、Arにより完全に外気を遮断した状態で通電を開始した。また、その後の溶解もArで置換した雰囲気で行い、Fill Ratio (電極径/鋼塊径の比)を0.8とした。本発明のA値を17A/mm<sup>2</sup>としてBSRを行ったものはA、本発明のA値を15.5A/mm<sup>2</sup>としてBSRを行ったものはB、比較例のA値を14A/mm<sup>2</sup>としてBSRを行ったものはCとし、それぞれ下記表1のNo.の後に1A、1B、1Cと言うように記号として付して、以後説明する。

【0022】

【表1】

No	(mass%)									
	C	Ni	Cu	Mo	Ti	Al	N	O	B	Fe
1	0.009	18.6	8.5	4.9	0.48	0.10	0.0030	0.0020	0.003	残部
2	0.009	18.1	9.4	4.8	0.49	0.09	0.0024	0.0015	—	残部

注) 1は熱間加工

【0023】 No. 1A、1B、1Cの材料は、再溶解後の銅塊で1250℃×20時間のソーキングを行い、次いで熱間鍛造を行い熱間鍛造品とした。また、No. 2A、2B、2Cの材料は、再溶解後の銅塊に熱間鍛造を行い、1250℃×20時間のソーキングを行った。次に、これら材料に熱間圧延、820℃×2時間の固溶化処理、冷間圧延、820℃×1時間の固溶化処理と480℃×3時間の時効処理を行い、マルエージング鋼の銅帯を製作した。

【0024】 得られたマルエージング鋼の銅帯から介在物測定用の試験片を50g採取した。採取した試験片を硫酸(硝酸+硫酸)で溶解後、フィルターで濾過し、濾過面全面を走査型電子顕微鏡で観察し、最大の酸化物系非金属

異介在物および酸化物系非金属介在物をそれぞれ探し出した。その後、最大の酸化物系非金属介在物および酸化物系非金属介在物について1000倍で観察し、最長部の長さを測定し、酸化物系非金属介在物および酸化物系非金属介在物の大きさを、それぞれ表2に示した。表2より、酸化物系非金属介在物はESR材では比較例No. 1C、2Cを含め20μm以下である。また、ESR材において、A値が大きいほど酸化物系非金属介在物が数個になっており、本発明のNo. 1A、2A、1B、2Bでは20μm以下である。

【0025】

【表2】

No.	酸化物系非金属介在物 サイズ(μm)	酸化物系非金属介在物 サイズ(μm)	備考
1A	14	6.0	本発明
1B	16	11.2	本発明
1C	15	20.8	比較例
2A	16	7.2	本発明
2B	18	19.3	本発明
2C	18	21.7	比較例

【0026】 次に、上述のマルエージング鋼帯の圧延方向における中央部について、試験片を採取し、化学組成を分析した。化学組成を表3に示す。表3より、再溶解による化学成分変化はほとんど起こっていない。マルエージング鋼帯の圧延方向における先・後端部についても中央部と同様に化学組成を分析したが、中央部と差違がなかった。

【0027】 次に、上述のマルエージング鋼帯の圧延方向における中央部について、試験片を採取し、圧延方向および板圧方向を含む面を鏡面研磨し、EPMAの面分析で

Ti、Moについて成分偏析を評価した。表3に偏析値がみられたものを×、偏析値がみられず均質であったものを○と表示する。表3より、No. 1A、1B、1C、2A、2B、2Cの何れの試料にも偏析の偏析がみられず均質である。マルエージング鋼帯の圧延方向における先・後端部についても中央部と同様に面分析を行ったが、中央部と同様、偏析の偏析がなく均質であった。

【0028】

【表3】

No.	偏析	(mass%)									
		C	Mn	Co	Mo	Ti	Al	Fe	O	B	Pb
1A	○	0.003	18.6	8.5	4.9	0.47	0.10	0.0012	0.0009	0.002	残部
1B	○	0.003	18.6	8.5	4.9	0.46	0.08	0.0011	0.0008	0.002	残部
1C	○	0.003	18.6	8.5	4.9	0.50	0.08	0.0012	0.0009	0.002	残部
2A	○	0.003	18.1	9.4	4.8	0.48	0.08	0.0020	0.0014	—	残部
2B	○	0.003	18.1	9.4	4.8	0.49	0.09	0.0021	0.0015	—	残部
2C	○	0.003	18.1	9.4	4.8	0.47	0.08	0.0020	0.0016	—	残部

注：—は検出限界以下

【0029】 また、本発明の製造方法を適用したNo. 1A、1B、2A、2Bの銅帯では、TiNやTiCNの酸化物系非金属介在物の大きさを、表2に示すレベルで小さいことが、EPMA用で作製した鏡面仕上げ試料の断面観察からも確認できた。一方、比較例のNo. 1C、2Cでは、EPMA用で作製した鏡面仕上げ試料の断面観察からも比較的大きなTi

N、TiCNの酸化物系非金属介在物が確認され、この非金属介在物を起点とした疲労破壊が起こる可能性が大きい結果となった。また、酸化物系非金属介在物については、EPMA用で作製した鏡面仕上げ試料の全ての断面観察で確認できるものは5μm以下であり、断面観察によっても差違が確認されなかった。

【0030】

【発明の効果】 以上のような結果から、本発明の製造方法を適用すると、 $Al_2O_3$ 等の酸化物系非金属介在物とTi、Ni、CoやAlN等の強化物系非金属介在物の両方の大きさが小さく、しかも、成分偏析も少なくなることができる。

【手続補正書】

【提出日】平成14年1月16日(2002.1.16)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 エレクトロスラッグ再溶解を行い、非金属介在物の最大量が20 $\mu m$ 以下とする高清纯マルエージング鋼の製造方法であって、前記エレクトロスラッグ再溶解時の条件を下式に従うA値が15A/mm以上になるようにすることを特徴とする高清纯マルエージング鋼の製造方法。

A値[A/mm] = (投入電流) / (モールド内径)

【請求項2】 エレクトロスラッグ再溶解を行った後、鋼塊状態または熱間鍛造後の何れか若しくは両方で、1000～1300℃で少なくとも5時間以上の保持を行うことを特徴とする請求項1に記載の高清纯マルエージング鋼の製造方法。

【請求項3】 請求項1または2に記載のマルエージング鋼は、質量%で、C:0.01%以下、Ni:8.0～22.0%、Co:5.0～20.0%、Mo:2.0～9.0%、Ti:2.0%以下、Al:1.7%以下、N:0.003%以下、O:0.002%以下、残部は実質的にFeからなることを特徴とする高清纯マルエージング鋼の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正内容】

【0007】 好ましくは、上記のBSRを行った後、鋼塊状態または熱間鍛造後の何れか若しくは両方で、1000～1300℃で少なくとも5時間以上の保持を行う高清纯マルエージング鋼の製造方法である。更に好ましくは、上記のマルエージング鋼は質量%で、C:0.01%以下、Ni:8.0～22.0%、Co:5.0～20.0%、Mo:2.0～9.0%、Ti:2.0%以下、Al:1.7%以下、N:0.003%以下、O:0.002%以下、残部は実質的にFeからなる高清纯マルエージング鋼の製造方法である。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

ため、繰返し応力が10の7乗を超える例えば10の8乗程度の疲労強度が求められる用途にも適用できる。優れた疲労強度を有する高清纯マルエージング鋼を製造することが出来る。

【補正対象項目名】0016

【補正方法】変更

【補正内容】

【0016】 次に、本発明の組成の限定理由について述べる。Clは炭化物を形成し、金属間化合物の析出量を減少させて疲労強度を低下させるため本発明ではClの上限を0.01%以下とした。Nは脆性の高い異相組織を形成させるためには不可欠の元素であるが、8.0%未満では脆性が劣化する。一方、22.0%を超えるとオーステナイトが安定化し、マルテンサイト組織を形成し脆くなることから、Nは18.0～22.0%とした。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正内容】

【0021】

【実施例】 以下、実施例として更に詳しく本発明を説明する。真空溶解で製造した表1に示す化学組成の消耗電極鋼塊を用い、電流密度を25000A/m<sup>2</sup>～140000A/m<sup>2</sup>、モールド径を300mm～750mmの範囲で変化させることにより、前記のA値を14A/mm～17A/mmの範囲で変化させてBSRを行った鋼塊を作製した。なお、BSRのフラックスはCaF<sub>2</sub>-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>系のものを予めモールド内に全量投入しておき、Arにより完全に外気を遮断した状態で通電を開始した。また、その後の溶解もArで置換した雰囲気で行い、Fill Ratio (電極径/鋼塊径の比)を0.8とした。本発明のA値を17A/mmとしてBSRを行ったものはA、本発明のA値を15.5A/mmとしてBSRを行ったものはB、比較例のA値を14A/mmとしてBSRを行ったものはCとし、それぞれ下記表1のNo.の後に1A、1B、1Cと言うように記号として付して、以後説明する。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正内容】

【0027】 次に、上述のマルエージング鋼帯の圧延方向における中央部について、試験片を採取し、圧延方向および板厚方向を含む面を断面組織し、EPMAの面分析でTi、Moについて成分偏析を評価した。表3に該成分偏析がみられたものをX、該成分偏析がみられず均質であったも



のを○と表示する。表3より、No. 1A、1B、1C、2A、2B、2C、の何れの試料にも腐状の偏析がみられず均質である。マルエージング鋼帯の圧延方向における先・後端

部についても中央部と同様に圧分析を行ったが、中央部と同様、腐状の偏析がなく均質であった。

---

フロントページの続き

ドクターム(参考) 4K032 AA01 AA04 AA10 AA20 AA21  
AA24 AA25 AA26 AA35 CA02  
CA03

